# Mixtures of optical brighteners

Veröffentlichungsnummer EP0240461 Veröffentlichungsdatum: 1987-10-07

Erfinder

HEFTI HEINZ DR; ARTZ KLAUS DR; WEBER KURT DR; BURDESKA KURT DR; REINEHR

DIETER DR

Anmelder:

CIBA GEIGY AG (CH)

Klassifikation:

Internationale:Europäische:

D06L3/12

Anmeldenummer:

D06L3/12M EP19870810176 19870327

Prioritätsnummer(n):

CH19860001284 19860402

Auch veröffentlicht als

國

JP62236865 (A) EP0240461 (B1)

Zitierte Dokumente

DE2602750

EP0136259

# Zusammenfassung von EP0240461

Mixtures of optical brighteners, consisting of from 1 to 99 parts by weight of a compound of the formula 1 where R1 and R2 are identical or different and each is -CN, -COOCH3 or -COOC2H5, and from 99 to 1 parts by weight of one or more compounds of the formulae 2 to 10

Daten sind von der esp@cenet Datenbank verfügbar - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)



(11) Veröffentlichungsnummer:

0 240 461 <sup>Δ1</sup>

# EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(2) Anmeldenummer: 87810176.5

(s) Int. Cl.4: D 06 L 3/12

2 Anmeldetag: 27.03.87

œ

30 Priorität: 02.04.86 CH 1284/86

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 07.10.87 Patentblatt 87/41

84 Benannte Vertragsstaaten: CH DE FR GB IT LI

(7) Anmelder: CIBA-GEIGY AG Klybeckstrasse 141 CH-4002 Basel (CH) © Erfinder: Hefti, Heinz, Dr. Fasanenstrasse 2 CH-4153 Reinach (CH)

> Artz, Klaus, Dr. Ahornstrasse 3 CH-4132 Muttenz (CH)

Weber, Kurt, Dr. Rennweg 98 CH-4052 Basel (CH)

Burdeska, Kurt, Dr. Laufenburgerstrasse 30 CH-4058 Basel (CH)

Reinehr, Dieter, Dr. Wolfsheule 10 D-7842 Kandern (DE)

Mischungen von optischen Aufhellern, bestehend aus 1 bis 99 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1

worin  $R_1$  und  $R_2$  gleich oder verschieden sind und -CN, -COOCH3 oder -COOC2H5 bedeuten, und 99 bis 1 Gewichtsteilen einer oder mehreren Verbindungen der Formeln 2 bis 10

Verwendung der vorstehend genannten Mischungen zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern und Polyesterfasern enthaltendem Textilmaterial und Mittel zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern und Polyesterfasern enthaltendem Textilmaterial, welches mindestens eine der vorstehend genannten Mischungen enthält.

#### Beschreibung

5

10

15

25

30

35

40

45

50

55

60

## Mischungen von optischen Aufhellern

Optische Aufheller werden oft als Mischungen von zwei oder mehreren verschiedenen Typen verwendet, weil solche Mischungen einen synergistischen Effekt zeigen, indem der Weissgrad der Mischung höher ist als der Weissgrad dergleichen Menge der jeweiligen Einzelkomponenten.

4,4'-Bis-(vinyl)-stilbenverbindungen sind bereits aus der DE-A 26 02 750 also optische Aufheller bekannt. Es wurde nun gefunden, dass man eine deutliche Erhöhung des Weissgrades erhält, wenn man die 4,4'-Bis-(vinyl)-stilbenverbindungen mit einem anderen bekannten Aufheller der unten angegebenen Struktur mischt.

Gegenstand der Erfindung sind daher Mischungen von optischen Aufhellern aus 1 bis 99 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1

(1) 
$$R_1$$
-CH=CH- $\cdot$ -CH=CH- $R_2$ 

worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> gleich oder verschieden sind und -CN, -COOCH<sub>3</sub> oder -COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> bedeuten, und 99 bis 1 Gewichtsteilen einer oder mehrerer Verbindungen der Formeln 2 bis 10

Vorzugsweise bestehen die Mischungen aus 25 bis 75 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1 und 75 bis 25 Gewichtsteilen einer oder mehrerer der Verbindungen der Formeln 2 bis 9, insbesondere der

60

Verbindungen der Formeln 3, 4 und 8, wobei das bevorzugte Mischungsverhältnis zur Verbindung der Formel 8 20 bis 50 zu 80 bis 50 beträgt, während das bevorzugte Mischungsverhältnis einer Verbindung der Formel 1 mit einer Verbindung der Formel 10 bei 5 bis 15 zu 95 bis 85, insbesondere bei etwa 10 zu 90 Gewichtsteilen liegt. R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> sind vorzugsweise gleich und bedeuten vor allem -CN oder auch -COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>. Bevorzugte Verbindungen der Formel 10 sind:

1,4-Bis-(2-cyanstyryl)-benzol

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

- 1-(2-Cyanstyryi)-4-(4-cyanstyryi)-benzol
- 1-(2-Cyanstyryl)-4-(3-cyanstyryl)-benzol und
- 1-(3-Cyanstyryl)-4-(4-cyanstyryl)-benzol.

Die Verbindungen der Formeln 2 bis 10 können ausser einzeln auch in beliebiger Mischung untereinander zusammen mit einer Verbindung der Formel 1 als optische Aufheller verwendet werden, wobei das Mischungsverhältnis der Verbindungen der Formeln 2 bis 10 zueinander unkritisch ist und je nach Erfahrung variiert werden kann.

Die erfindungsgemässen Mischungen erhält man entweder durch gemeinsames Dispergieren von Verbindungen der Formel 1 mit einer oder mehreren Verbindungen der Formeln 2 bis 10 im angegebenen Mischungsverhältnis oder aber durch getrenntes Dispergieren der Komponenten und mechanisches Mischen. Das optimale Mischungsverhältnis hängt jeweils von der Art der Verbindungen ab und lässt sich leicht durch einfache Tests ermitteln.

Weitere Gegenstände der vorliegenden Erfindung sind die Verwendung von Mischungen aus einer Verbindung der Formel 1 mit einer oder mehreren Verbindungen der Formeln 2 bis 10 zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern und Polyesterfasern enthaltendem Textilmaterial sowie Mittel zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern und Polyesterfasern enthaltenden Textilmaterialen, enthaltend Mischungen einer Verbindung der Formel 1 mit einer oder mehreren der Verbindungen der Formeln 2 bis 10.

Die erfindungsgemässen Mischungen eignen sich besonders zum optischen Aufhellen von Textilmaterialien aus linearen oder modifizierten Polyestern. Sie können nach bekannten Methoden auf das Textilgut appliziert werden, beispielsweise nach dem Ausziehverfahren bei 90 bis 140°C oder nach dem Foulardthermverfahren bei 160 bis 220°C.

Die erfindungsgemässen Mischungen zeichnen sich durch sehr gutes färberisches Verhalten aus. Ausser durch einen höheren Weissgrad gegenüber den entsprechenden Anteilen der jeweiligen Einzelkomponenten weisen die Mischungen eine verbesserte Brillanz der Aufhellungen auf.

#### Beispiel 1

Ein Polyestergewebe (Terylene Typ 540) wird bei 40°C auf einem Färbeapparat bei einem Flottenverhältnis von 1 zu 20 mit einem wässrigen Bad, enthaltend 0.1 Gew.-% eines optischen Aufhellers aus einer Mischung von 25 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel

und 75 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel

sowie 1 g/l eines Fettalkoholpolyglykoläthers (Irgasol P), behandelt. Innerhalb von 30 Minuten steigert man die Temperatur auf 120°C und belässt sie während weiterer 30 Minuten auf dieser Höhe. Dann kühlt man innerhalb von 15 Minuten wieder auf 40°C ab. Zur Nachbe handlung wird das Textilgut während 30 Sekunden in fliessendem deionisiertem Wasser gespült und bei 80°C getrocknet. Das derart behandelte Polyestergewebe weist einen hohen Aufhelleffekt auf.

#### Beispiel 2

Verwendet man nach der gleichen Vorschrift wie in Beispiel 1 anstelle des Aufhellers aus der Mischung der Verbindungen der Formeln (1) und (4) jeweils solche aus den Mischungen

- a) von 25 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel (1) und 75 Gewichtsteilen der Formel (2)
- b) von 30 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel (1) und 70 Gewichtsteilen der Formel (3)
- c) von 70 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel (1) und 30 Gewichtsteilen der Formel (6)
- d) von 35 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel (1) und 65 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel (8)
- e) von 10 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel (1) und 90 Gewichtsteilen der Formel (10) so erhält man ähnlich gute Aufhelleffekte.

## Beispiel 3

Man foulardiert bei Raumtemperatur ein Polyestergewebe (Terylene Typ 540) mit einer wässrigen Flotte enthaltend 1 g/l der Aufhellermischung aus 50 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 1 und 50 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 1 und 50 Invadin JFC 200 %. Der Abquetscheffekt beträgt 65 %.

Anschliessend wird während 30 Minuten bei einer Temperatur von 80°C getrocknet und daraufhin bei 200°C thermofixiert. Das so behandelte Polyestergewebe weist einen hohen Aufhelleffekt auf.

#### Beispiel 4:

Verwendet man nach der gleichen Vorschrift wie in Beispiel 3 eine Aufhellermischung aus 75 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 1 und 25 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 4 so erhält man ähnlich gute

## Beispiel 5

Verwendet man nach der gleichen Vorschrift wie in Beispiel 3 eine Aufhellermischung aus 75 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 1 und 25 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 3 so erhält man ähnlich gute

### Patentansprüche

1. Mischungen von optischen Aufhellern, bestehend aus 1 bis 99 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1

(1) 
$$R_1$$
-CH=CH- $\dot{R}_2$ 

worin  $R_1$  und  $R_2$  gleich oder verschieden sind und -CN, -COOCH $_3$  oder -COOC $_2$ H $_5$  bedeuten, und 99 bis 1 Gewichtsteilen einer oder mehreren Verbindungen der Formeln 2 bis 10

5

15

20

25

*30* 

35

40

45

50

60

(3) 
$$H_3C N-O$$
 $CH=CH N$ 

(4) 
$$H_3C$$
  $CH=CH-CH=CH-COOCH_3$ 

$$(6) \qquad N = \text{OCH}_3$$

$$(7) \qquad \qquad \stackrel{N}{\underset{0}{|}} \qquad \qquad \stackrel{N}{\underset{N}{\underset{N}{|}} \qquad \qquad \stackrel{N}{\underset{N}{|}} \qquad \qquad \stackrel{N}{\underset{N}{\underset{N}{|}} \qquad \qquad \stackrel{N}{\underset{N}{\underset{N}{|}} \qquad \qquad \stackrel{N}{\underset{N}{\underset{N}{|}} \qquad$$

(9) 
$$H_{3}C$$

$$-CH=CH-CN$$

$$H_{3}C$$

- 2. Mischungen gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus 25 bis 75 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1 und 75 bis 25 Gewichtsteilen einer oder mehreren Verbindungen der Formeln 2 bis 9 bestehen.
  - 3. Mischungen gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus einer Verbindung der

Formel 1 und der Verbindung der Formel 3 bestehen.

- 4. Mischungen gemäss Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus einer Verbindung der Formel 1 und der Verbindung der Formel 4 bestehen.
- 5. Mischungen gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus 20 bis 50 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1 und 80 bis 50 Gewichtsteilen der Verbindung der Formel 8 bestehen.

5

10

15

20

25

*3*0

*3*5

40

45

50

55

60

- 6. Mischungen gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus 5 bis 15 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 1 und 95 bis 85 Gewichtsteilen einer Verbindung der Formel 10 bestehen.
- 7. Mischungen gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in der Verbindung der Formel 1 R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> gleich sind.
  - 8. Mischungen gemäss Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass R1 und R2 -CN bedeuten.
- 9. Mischungen gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der Formel 10 1,4-Bis-(2-cyanstyryl)-benzol ist.
- 10. Mischungen gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der Formel 10 1-(2-Cyanstyryl)-4-(4-cyanstyryl)-benzol ist.
- 11. Mischungen gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der Formel 101-(2-Cyanstyryl)-4-(3-cyanstyryl)-benzol ist.
- 12. Mischungen gemäss Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der Formel 101-(3-Cyanstyryl)-4-(4-cyanstyryl)-benzol ist.
- 13. Verwendung von Mischungen aus einer Verbindung der Formel 1 mit einer oder mehreren Verbindungen der Formeln 2 bis 10 gemäss Anspruch 1 zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern und Polyesterfasern enthaltendem Textilmaterial.
- 14. Mittel zum optischen Aufhellen von Polyesterfasern und Polyesterfasern enthaltendem Textilmaterial, dadurch gekennzeichnet, dass es eine der Mischungen gemäss Anspruch 1 aus einer Verbindung der Formel 1 und einer oder mehreren der Verbindungen der Formeln 2 bis 10 enthält.



# **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung

EP 87 81 0176

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE							
ategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile			trifft oruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. CI.4)		
D,A		(SANDOZ) ne 2-6; Beispiel g, Zeile 25; Seit			D 06	L	3/12
A	EP-A-O 136 259 * Tabelle 4; Sei C; Seite 38, Mis	te 37, Mischun	g				
		·					
	•					CHERCI GEBIETI	HIERTE E (Int. Cl.4)
		•			D 06	L	
					·		
			·				
				:			
Der	vorliegende Recherchenbericht wur	de für alle Patentansprüche erstellt.					
Recherchenort Abschlußdatum der Recherche DEN HAAG 14-05-1987			he . C	. GINESTET M.E.J.			
X : voi Y : voi and A : ted O : nid	ATEGORIE DER GENANNTEN D n besonderer Bedeutung allein I n besonderer Bedeutung in Veri deren Veröffentlichung derselbe chnologischer Hintergrund chtschriftliche Offenbarung dischenliteratur	petrachtet na bindung mit einer D: in en Kategorie L: au	teres Patento ach dem Anm der Anmeldo us andern Gr	ung ang unden i	peführtes	Dokum es Doki	ent · ument

EPA Form 1503 03 82

THIS PAGE BLANK (USPTO)